

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

98-8-52

(19) Japanese Patent Office (JP)

**(12) Official Gazette for Kokai  
Patent Applications (A)**

(11) Japanese Patent Application  
Kokai Publication No.:  
Sho 62 (1987)-13408

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 08 F 10/00  
2/00

ID Code  
105

Intraoffice File No.  
7102-4J

(43) Date of Kokai Publication:  
August 14, 1989

---

Examination: Not requested    Number of claims: (Total of 6 pages)

---

(54) A Loop Reactor for Olefin Polymerization

(21) Application No. : Sho 60 (1985)-152073

(22) Application Date: July 10, 1985

(72) Inventor: Shigeo Iwasaki  
2189-1 Anesaki, Ichihara-shi

(72) Inventor: Tadasu Yamamoto  
5-5-19 Kuranamidai, Sodegauramachi, Kimitsu-gun, Chiba-ken

(71) Applicant: Idemitsu Sekiyu Kagaku K.K.  
3-1-1 Marunouchi, Chiyoda-ku, Tokyo

(74) Agent: Naoki Fukumura, Patent Attorney

## SPECIFICATION

### 1. Title of the Invention:

A Loop Reactor for Olefin Polymerization

### 2. Claim

(1) A loop reactor for olefin polymerization equipped with downward slurry removal tubes characterized by the use of upward removal tubes equipped with opening and closing valves and the use of opening and closing valves between the loop reactor tube and downward removal tubes.

(2) The loop reactor for olefin polymerization described in claim 1 wherein the upward angle of the aforementioned upward removal tubes to the horizontal is 10° or higher.

### 3. Detailed Explanation of the Invention

#### [Field of the Industrial Application]

The present invention relates to a loop reactor for olefin polymerization. More specifically, this is a loop reactor for olefin polymerization that makes possible shorter startup time and controllable slurry residence time.

#### [Prior Art and Its Problems]

The conventional loop reactor employed for olefin polymerization has downward removal tubes called the settling legs (see US Patent No. 3374211, US Patent No. 3324093, US Patent 3242150).

In general, the concentration of the polymer slurry removed from reactors should be as high as possible to minimize the loss of unreacted monomer. In the above-mentioned loop reactor, however, the concentration of the slurry in the reactor is difficult to increase to a very high level due to the requirements of protecting the agitator and maintaining a certain flow state of the slurry. To meet these requirements, the slurry concentration in a loop reactor with downward removal tubes, is maintained at a relatively low, constant level. The slurry concentration is increased in the downward removal tubes before the slurry is removed from these downward removal tubes.

The loop reactor with downward removal tubes described above, however, has the following problems.

( Problem at the Startup:

During the process of a loop reactor, the starting material and others are fed to the tubular loop reactor t all the time. At the same time, the loop reactor is required to discharge about the same quantity of materials as it receives.. At the process startup, the removal of the polymer slurry out of the downward tubes in a quantity equivalent to that of the feed means that the polymer slurry just polymerized needs to be removed. In this manner, it takes undue time for the system to reach the steady state.

( Problem experienced during the steady state operation

With a plurality of downward removal tubes in operation, and if it is necessary to change the slurry residence time, it is possible to lengthen the residence time by stopping the operation of a certain number of downward removal tubes; or it is possible to shorten the residence time by increasing the number of the operating downward removal tubes. The changing of the residence time by this means, however, is problematic because the downward removal tubes, once quitting operation, can experience malfunctioning at restarting due to the powder having adhered to the valves.

The present invention was made to solve the above-described problems.

The object of the present invention is to offer a loop reactor that is capable of shortening the startup time, and varying freely the slurry residence time without causing the clogging of the tubes.

[Means for Achieving Said Object]

The present invention, which is to achieve the above-stated object, is outlined as follows. The present invention, which relates to a loop reactor for olefin polymerization equipped with downward removal tubes, is characterized by the addition of upward removal tubes equipped with opening and closing valves to this reactor, and, at the same time, by providing opening and closing valves in the areas between the downward removal tubes and the loop reactor tube.

The present invention will be explained more specifically with reference to attached drawings, as follows:

Figure 1 illustrates the present invention.

As shown in Figure 1, loop reactor 1 for olefin polymerization is a circular loop tubular reactor consisting of ascending tube 2, descending tube 3, and upper and lower horizontal transfer tubes 5 and 4. The lower horizontal transfer tube 4 is connected with input tubes 6 and 7, which are for feeding the feed monomer, comonomers, catalysts, promoters, solvents, and, depending on the necessity, molecular weight-adjusting agents, and others. This horizontal transfer tube has within its tube an agitator 8. The outside surfaces of the ascending and descending tubes 2 and 3 are covered with cooling jackets through which coolant is circulated. Upper or lower horizontal transfer tube 5 or 4 is provided with a plurality of (three, for example) downward removal tubes.

The loop reactor for olefin polymerization 1 with the above-described structure generally has a monomer as the starting material, catalysts, and others fed into it through input tubes 6 and 7 so that the inside the tubular reactor will be full of liquid. The starting material monomer and others are circulated in the loop reactor by agitator 8 so as to circulate in a turbulent flow at an approximate speed of three to 10 meters per second within the loop reactor. The starting material monomer circulating is polymerized while being circulated to become a polymer slurry. The heat generated by polymerization is removed by means of cooling jackets 9.

In this invention, the upper and lower horizontal transfer tubes 5 or 4 is equipped with upward removal tubes 11 so that the solvent in the loop reactor can be removed through these upward removal tubes 11.

The "upward" of the upward removal tubes means that the tubes are oriented upward relative to the horizontal. In essence, the upward angle (, the acute angle that the upward removal tubes 11 make with the horizontal may be acceptable if it exceeds 0(. To make the present invention sufficiently effective, however, the upward angle ( of upward removal tubes 11 should preferably be 10( or higher, or, especially, 35( or higher.

The number of the upward removal tubes 11 should not be particularly limited.

The diameter of the upward removal tube 11 is not particularly limited, either. Usually, it should be determined based on the size of the loop reactor and other factors.

Naturally, the upward removal tubes 11 should be equipped with valves 12 in such a way that valves 12 should operate when the solvent and others in the loop reactor is to be removed; they should remain in the closed state while the solvent removal is not being carried out.

There is no particular limit to the number of downward removal tubes 10 on the loop reactor for

olefin polymerization 1 which are equipped with upward removal tubes 11. Normally, from one to four may be an appropriate range of the number of the downward removal tubes 10.

In the present invention, a downward removal tube 10 is equipped with the first valve 13 located in a close proximity of horizontal transfer tube 4 (or 5). Further down from the first valve 13, the second valve 14 is also provided on the downward removal tube. With the first valve 13 in the closed state, the clogging of the downward removal tube 10 with polymer is prevented from occurring. With the aforementioned valve 12 and the second valve 14, it is recommended that their operations as well as their closed state should be automatically controlled from a central controlling unit through the signals issued from the pressure detector provided in these valves 12 and 14, for example. Valve 12 and the second valve 14 are opened and closed repeatedly, instantaneously and alternately so that the pressure in the loop reactor tubing can be adjusted.

[Actions]

Next, how the above-structured components work will be explained.

This loop reactor for olefin polymerization is operated in the following manner.

The starting material monomer and others are fed to loop reaction tubing through input tubes 6 and 7 to the full state. The starting material monomer and others are circulated in the loop reaction tubing by agitator 8. In addition, a coolant is circulated in cooling jacket 9 so that the polymerization heat generated after the start of the polymerization can be removed. The first valve 13 is left in the closed state; the second valve 14 is left in the inoperative state; and valve 12 is made operative.

Next, catalysts, promoters, and others are introduced through input tube 6 or 7. A polymerization reaction is immediately allowed to start in the loop reaction tube. As the polymerization proceeds, the liquid in the loop reaction tube turns into a slurry state. The valve 12 is left in the operating state while the slurry is circulated until the concentration of the slurry reaches the target value. Meanwhile, solvent is being discharged out of the upward removal tube 11. Because the polymer is not discharged while the solvent is being removed out of the upward removal tube 11, the concentration of the slurry in the loop reaction tube sharply increases.

After the slurry concentration reaches a prescribed level and the steady state is achieved, the first valve 13 is opened to allow the slurry to enter the area of downward removal tube 10 down to the second valve 14. The polymer settles in this part to become a concentrated polymer slurry. Next, valve 12 is closed, and, at the same time, second valve 14 is brought into the operating state. The polymer slurry is then discharged through the downward removal tube 10. The first valve 13,

located in proximity to horizontal transfer tube 5, cannot possibly cause a tube clogging accident by the polymer settling in the part from horizontal transfer tube 5 to the first valve 13.

After the steady state was reached, the slurry residence time in the loop reactor tube can be lengthened by turning on the upward removal tubes (which have been in a closed state) to the operating state. If the residence time is wished to be shortened, either the operation of the upward removal tubes can be stopped, or the number of the operating downward removal tubes can be increased.

Next, the working examples of the present invention will be described below. Of course, this invention shall not be limited to these working examples.

A loop reactor for olefin polymerization shown in Figure 1 used in this experiment was equipped with an upper horizontal transfer tube 5 whose inside diameter is 150 mm, and whose inside volume is 370 L. This upper horizontal transfer tube 5 was equipped with three downward removal tubes 10, each having an inside diameter of 38.4 mm and 1 m in length, and three upward removal tubes 11, each having an inside diameter of 25.0 mm, and a length of 0.4 m, equipped. In addition the reactor had 1/4 inch valves 12, first valves 13 and second valves 14; as well as input tubes 6 and 7, an agitator 8, and cooling jackets 9.

The operation times for the second valve 14 and valve 12 were set for 0.9 second and 0.7 second, respectively. While propylene was being fed through input tubes to the loop reaction tubing, catalyst and promoter were added in such a catalyst quantity and a promoter ratio that would make possible the production of 50 kg of polypropylene at a polymerization temperature of 70°C, pressure of 36 kg/m<sup>3</sup> G in a polymerization time of two hours. Meanwhile, solvent heptane was introduced into the loop reaction tube through input tube 7 at a rate of 10 kg/hour. The experiment was run in the following manner. The results are listed in Table 1.

(Working Examples 1—3 and Comparative Examples 1—3)

Using the starting methods shown in Table 1, polymerization reactions were conducted with quantities of propylene monomer specified in the table.

The time required for the slurry concentration to reach the target value, the slurry concentration when the steady state was reached, and the time elapsed before the steady state was reached are shown in Table 1.



Table 1

|        | Starting Method  | Propylene monomer feeding rate | Time required before target density was reached | Time required before steady state was reached | Density at the steady state |
|--------|--|--------------------------------|---|---|-----------------------------|
| Ex. 1  | Started operation with two upward removal tubes. The operating tubes were switched to two downward removal tubes when the target value of 610 kg/m <sup>3</sup> was reached. | 80 kg/hr                       | 3.7 hours                                       | 3.9 hours                                     | 588 kg/m <sup>3</sup>       |
| Ex. 2  | Started operation with one upward removal tube. The operating tube was switched to two downward removal tubes when the target value of 610 kg/m <sup>3</sup> was reached.    | 80 kg/hr                       | 3.8 hours                                       | 4.0 hours                                     | 590 kg/m <sup>3</sup>       |
| Ex. 3  | Started operation with one upward removal tube. The operating tube was switched to two downward removal tubes when the target value of 550 kg/m <sup>3</sup> was reached.    | 100 kg/hr                      | 2.5 hours                                       | 2.7 hours                                     | 523 kg/m <sup>3</sup>       |
| Com. 1 | The operation was started with one downward removal tube.  | 80 kg/hr                       | —   | 8.2 hours                                     | 607 kg/m <sup>3</sup>       |
| Com. 2 | The operation was started with two downward removal tubes.   | 80 kg/hr                       | —   | 11.3 hours                                    | 590 kg/m <sup>3</sup>       |
| Com. 3 | The operation was started with two downward removal tubes.   | 100 kg/hr                      | —   | 7.5 hours                                     | 520 kg/m <sup>2</sup>       |

(Comparative Example 4)

A polymerization reaction was started by the method employed in Comparative Example 2. When the steady state was reached, the second valve of one of the downward removal tube was closed so as to increase the residence time. By thus reducing the number of operating downward removal tubes to one, the slurry density was increased to 10 kg/m<sup>3</sup>. After 18 hours of operation, the second valves of the nonoperating downward removal tube were opened again. The second valves, however, malfunctioned and were unable to operate.

(Working Example 4)

A polymerization reaction was started by the method employed in Working Example 1. After the steady state was reached, the valve of one of the upward removal tube was made to operate so as to increase the residence time. In this manner, the steady state operation with two working downward removal tubes in Working Example 1 was changed to a steady state operation in which one upward removal tube and two downward removal tubes were working. In this steady state operation, the slurry density was able to be increased to 610 kg/m<sup>3</sup>.

After 48 hours of operation in that state, one upward removal tube was closed, and the

operation of the reactor was continued. The slurry density then was decreased to the original level of 588 kg/m<sup>3</sup>.

#### [Advantages of the Invention]

As has been explained in detail, this invention, which adds upward removing tubes to a loop reactor equipped with downward removal tubes, is able to attain speedily the prescribed slurry concentration after the start of the polymerization by closing the downward removal tubes and by turning on the upward removal tubes into the operating state so that the solvent can be removed without wasting the polymer slurry which has just been produced. Once the steady state is achieved in the polymerization, the residence time of the polymer slurry can be controlled at will, whether it is to be increased or decreased, by adjusting the number of operating upward removal tubes while letting the downward removal tubes continue operating.

By the use of the present invention, the time between the start of the polymerization and the time at which the steady state is reached can be shortened. In addition, the residence time of the polymer slurry can be controlled with a configuration attained by simply adding upward removal tubes.

#### 4. Brief Explanation of the Drawings

Figure 1 is a schematic diagram that illustrates the structure of the present invention. In Figure 2 a horizontal transfer tube provided with an upward removal tube and a downward removal tube is illustrated with a partially cross-sectioned side view.

1.....A loop reactor for olefin polymerization

10.....Downward removal tube

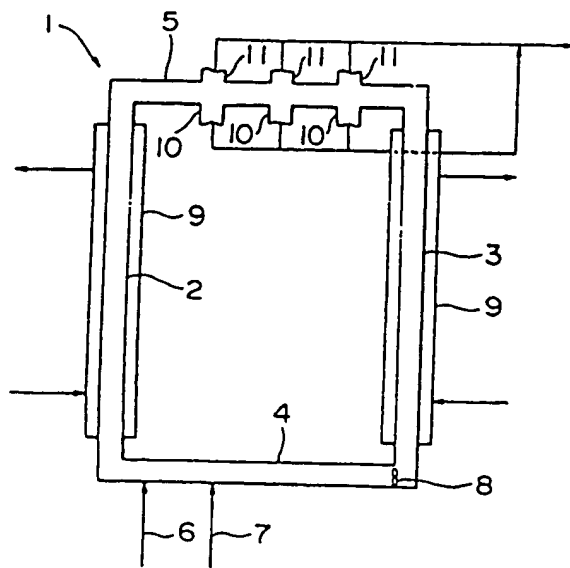
11.....Upward removal tube

13.....First valve

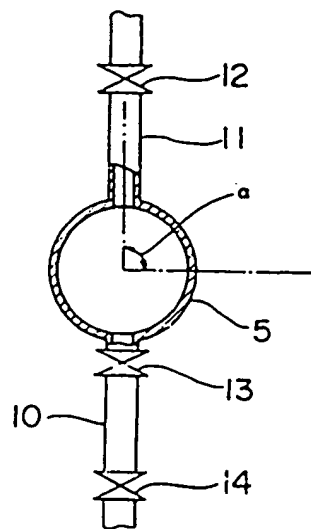
Patent Applicant: Idemitsu Sekiyu Kagaku K.K.

Agent: Naoki Fukumura, Patent Attorney

#### Figure 1



**Figure 2**



99-8-52

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭62-13408

⑫ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)1月22日

C 08 F 10/00  
2/00

1 0 5

7102-4J

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 オレフィン重合用ループ反応器

⑮ 特 願 昭60-152073

⑯ 出 願 昭60(1985)7月10日

⑰ 発 明 者 岩 崎 重 雄 市原市姉崎2189番地の1

⑱ 発 明 者 山 本 匡 千葉県君津郡袖ヶ浦町蔵波台5丁目5番地の19

⑲ 出 願 人 出光石油化学株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 福村 直樹

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

オレフィン重合用ループ反応器

## 2. 特許請求の範囲

(1) 下向き排出管を備えたループ反応管に、開閉バルブを有する上向き排出管を設けると共に前記下向き排出管とループ反応管との間に開閉バルブを設けたことを特徴とするオレフィン重合用ループ反応器。

(2) 前記上向き排出管の上向き角度が水平方向に対して $10^\circ$ 以上である前記特許請求の範囲第1項に記載のオレフィン重合用ループ反応器。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

この発明はオレフィン重合用ループ反応器に関する。さらに詳しく言うと、スタートアップまでの時間の短縮およびスラリーの停留時間の制御を可能とすることのできるオレフィン重合用ループ反応器に関する。

## 〔従来の技術およびその問題点〕

従来、オレフィン重合用の反応器として用いられているループ反応器には、セツトリングレグと称する下向き排出管が設けられている（米国特許第3374211号、米国特許第3324093号、米国特許第3242150号参照）。

一般に、反応モノマーのロスを防ぐために、反応器から排出すポリマーのスラリー濃度はできるだけ高くしなければならない。これに対し、ループ反応器内では、攪拌器の故障および放熱状態を一定に保持する必要性から、反応器内のスラリー濃度はあまり高くすることができない。したがって、下向き排出管付きループ反応器では、反応器内のスラリー濃度を余り高くせずに一定にしておき、下向き排出管でスラリー濃度を高めながら、この下向き排出管からスラリーを取り出している。

しかしながら、従来のこの下向き排出管付きループ反応器には、次のような問題点がある。

## ① スタートアップ時の問題点

ループ反応器は、供給、ループ反応管内に原料等を供給する一方、供給量とほぼ同じ量を排出しなければならない。したがって、スタートアップ時に、供給量と同じ量のポリマースラリーを下向き排出管から抜き出してしまうと、折角、重合したポリマースラリーを抜き出してしまうこととなり、定常状態に到達するまでに時間がかかる。

#### 定常運転時の問題点

スラリーの滞留時間の変更の必要性が生じたとき、複数の下向き排出管を作動して運転中であれば、その中の何本かの下向き排出管の作動を停止することで滞留時間を長くすることができる。また、下向き排出管の作動本数を増やすことにより、滞留時間の短縮化を図ることができる。しかしながら、一旦停止した下向き排出管を再起動するときは、バルブに付着したパウダーにより作動不良を起こし、滞留時間の変動を行なうことに問題があった。

この発明は前記事情に基づいてなされたものである。

尚、必要に応じて分子篩用剤等を供給する導入管6、7を結合すると共に管内に阻作機8を備え、前記上昇管2および下降管3の外周には、管内で発生する反応熱を除去するために、冷却媒体が循環可能な冷却ジャケット9を備えている。また、上方または下方に位置する水平移行管4あるいは5には、複数のたとえば3基の下向き排出管10を備える。

前記構成のオレフィン重合用ループ反応器1は、一般に、導入管6、7から原料モノマー、触媒等を供給してループ反応管内を循環状態とし、阻作機8によりループ反応器内を3~10m/秒程度の速度の乱流状態にして前記原料モノマー等を循環する。循環中に原料モノマーが重合してポリマースラリーとなり、重合により発生する熱は冷却ジャケット9により除去する。

この発明では、前記構成のオレフィン重合用ループ反応器1における上方または下方の水平移行管4あるいは5に、上向き排出管11を配設し、ループ反応管内の析出物を抜き取ることができ

すなわち、この発明の目的は、前記問題点を解決し、スタートアップまでの時間を短縮すると共に管の閉塞事故を生じることなくスラリーの滞留時間を自由に可変することのできるループ反応器を提供することを目的とするものである。

#### 前記目的を達成するための手段

前記目的を達成するためのこの発明の概要は、下向き排出管を備えたループ反応管に、開閉バルブを有する上向き排出管を設けると共に前記下向き排出管とループ反応管との間に開閉バルブを設けたことを特徴とするオレフィン重合用ループ反応器である。

さらに図面を参照しながら詳述すると、次のとおりである。

第1図はこの発明を示す説明図である。

第1図に示すように、オレフィン重合用ループ反応器1は、上昇管2、下降管3、上方および下方の水平移行管4および5よりなる周状のループ反応管を備え、この下方水平移行管4には、たとえば原料モノマー、モノマー、触媒、助触媒、

るようになっている。

この上向き排出管11の「上向き」とは水平線より上方に向く意であり、本来、この上向き排出管11の上向き角度（水平線に対する傾角） $\alpha$ は、水平線に対して $0^\circ$ を超えるものであれば良い。とは言っても、この発明の効果を十分に奏するためには、この上向き排出管11の上向き角度 $\alpha$ は、通常、 $10^\circ$ 以上とし、特に $35^\circ$ 以上とするのが好ましい。

この上向き排出管11の配設本数には特に制限がない。

また、この上向き排出管11の直径についても特に制限がなく、通常は、ループ反応管の規格等により適宜に決定するものである。

さらにこの上向き排出管11には、言うまでもないが、バルブ12を設けていて、ループ反応管内の析出物を抜き取るときにはこのバルブ12を作動し、抜き取らないときにはこのバルブ12を閉状態にするようになっている。

この上向き排出管11を有してなるオレフィ

ン重合用ループ反応器1は、配設する下向き排出し管10の本数に特に制限がないが、通常、1〜4本程度が適当である。

この発明では、この下向き排出し管10には、水平移行管4、5の極く近傍に第1バルブ13を設ける。また、この第1バルブ13よりもさらに下方に第2バルブ14を取り付けておく。第1バルブ13を設け、閉状態にしておくと、下向き排出し管10内にポリマーが詰まって閉塞することがなくなる。前記バルブ12および第2バルブ14については、たとえばループ反応管内に圧力検出手段を設けておき、この圧力検出手段から出力される検出信号に基づき、中央制御手段により、これらバルブ12および第2バルブ14の作動状態および閉状態を自動制御可能に構成しておくのが好ましい。なお、バルブ12および第2バルブ14の作動状態としては、ループ反応管内の圧力調整のために、バルブ開閉を交互に断続的にくりかえして行なうものである。

#### 〔作用〕

に高まっていくこととなる。

スラリー濃度が所定値に達して定常状態となったならば、第1バルブ13を開状態にする。そうすると、下向き排出し管10における第2バルブ14までの部分にスラリーが侵入し、この部分でポリマーの沈降により、濃縮されたポリマースラリーとなる。次いで、前記バルブ12を閉状態にすると共に第2バルブ14を作動状態にする。ポリマースラリーは、この下向き排出し管10から排出される。なお、第1バルブ13は水平移行管5の極く近傍に配設しているため、水平移行管5から第1バルブ13までの間にポリマーが沈積することによる管閉塞事故のおこる心配がない。

なお、定常状態に達した後に、ループ反応管内でのスラリーの停留時間を長期化するとき、閉状態としていた上向き排出し管を作動状態にすれば良く、これとは逆に停留時間を短期化するときには、上向き排出し管の作動を止めるか、または下向き排出し管の作動本数を増加すれば良い。

#### 〔実施例〕

次に以上構成の作用について説明する。

このオレフィン重合用ループ反応器の運転を次のようにする。

導入管8、7から原料モノマー等をループ反応管に供給状態で供給する。反応器8でループ反応管内に原料モノマー等を供給する。また、重合開始後に発生する重合熱を除去するために、冷却ジャケット9内に冷却媒体を循環する。なお、第1バルブ13は閉状態とし、第2バルブ14は作動させず、バルブ12を作動状態にしておく。

次いで、導入管6または7から触媒、助触媒等をループ反応管内に導入する。ループ反応管内で直ちに重合反応がスタートする。重合反応の進行と共にループ反応管内の凝は、スラリーとなっていく。スラリー濃度が目標値に達するまで、バルブ12を作動状態にしたままループ反応管内でスラリーを循環すると、上向き排出し管11からは凝が排出されて行く。このように上向き排出し管11から凝を排出し、ポリマーを排出しないので、ループ反応管内では、スラリー濃度が急激

次にこの発明の実施例を示す。なお、この発明はこの実施例に限定されるものではないことは言うまでもない。

第1図において、内径150mmおよび内径370mmのループ反応器の上方水平移行管5に、内径38.4mmおよび長さ1mの寸法を有する3本の下向き排出し管10と、内径25.0mmおよび長さ0.4mの寸法を有する3本の上向き排出し管11と、1/4インチのバルブ12、第1バルブ13および第2バルブ14と、導入管6、7と反応器8と、冷却ジャケット9とを備えたオレフィン重合用ループ反応器を使用した。

そして、第2バルブ14の作動時間を0.9秒、バルブ12の作動時間を0.7秒とし、プロピレンをそれぞれ導入管からループ反応管内に供給すると共に、重合温度70℃、圧力3.6Kg/cm<sup>2</sup>G、重合時間2時間で50Kgのポリプロピレンが生産可能となるように、所定の触媒および助触媒比で触媒および助触媒を溶解であるヘプタン10Kg/時間とともに導入管7よりループ

反応管内に供給して、次のような実験を行なった。結果を第1表に示す。

(実験例1～3、比較実験例1～3)

第1表に示すスタート方法により、第1表に示すプロピレンの供給量で重合反応を行なった。

スラリー濃度が目標値に達するまでの時間、定常状態となったときのスラリー濃度、および定常状態に達するまでの時間を第1表に示す。

第 1 表

|         | スタート方法   | モノマーのプロピレンの供給量 | 目標濃度となるまでの時間 | 定常となるまでの時間 | 定常となったときの濃度           |
|---------|--|----------------|--------------|------------|-----------------------|
| 実験例 1   | 上向き抜出し管2本でスタートし、当初目標の濃度610 Kg/m <sup>3</sup> となったとき下向き抜出し管2本に切替え | 80 Kg/hr       | 3.7 時間       | 3.9 時間     | 588 Kg/m <sup>3</sup> |
| " 2     | 上向き抜出し管1本でスタートし、当初目標の濃度610 Kg/m <sup>3</sup> となったとき下向き抜出し管2本に切替え | 80 Kg/hr       | 3.8 時間       | 4.0 時間     | 590 Kg/m <sup>3</sup> |
| " 3     | 上向き抜出し管1本でスタートし、当初目標の濃度550 Kg/m <sup>3</sup> となったとき下向き抜出し管2本に切替え | 100 Kg/hr      | 2.5 時間       | 2.7 時間     | 523 Kg/m <sup>3</sup> |
| 比較実験例 1 | 下向き抜出し管1本でスタート   | 80 Kg/hr       | —            | 8.2 時間     | 607 Kg/m <sup>3</sup> |
| " 2     | 下向き抜出し管2本でスタート   | 80 Kg/hr       | —            | 11.3 時間    | 590 Kg/m <sup>3</sup> |
| " 3     | 下向き抜出し管2本でスタート   | 100 Kg/hr      | —            | 7.5 時間     | 520 Kg/m <sup>3</sup> |



## (比較実験例4)

比較実験例2と同様にして重合反応をスタートし、定常状態となった後、停留時間を長期化するために1本の下向き抽出し管の第2バルブを閉とし、つまり2本の下向き抽出し管から1本の下向き抽出し管にすることによりスラリー密度を $610 \text{ Kg/m}^3$ まで高めた。18時間後に、停止していた下向き抽出し管の第2バルブを再び開状態としたが、第2バルブが作動不良となり使用不能となった。

## (実験例4)

実験例1と同様の方法で重合反応を開始し、定常運転となった後、停留時間を長期化するために1本の上向き抽出し管のバルブを作動状態にし、つまり、2本の下向き抽出し管による定常運転から1本の上向き抽出し管と2本の下向き抽出し管とによる定常運転をすることによりスラリー密度を $610 \text{ Kg/m}^3$ にまで高めることができた。

48時間後、1本の上向き抽出し管を開状態にして運転すると、スラリー密度は再び $588 \text{ Kg}$

$\text{m}^3$ となった。

## [発明の効果]

以上に詳述したように、この発明によると、下向き抽出し管を備えたループ反応器に上向き抽出し管を設けたので、重合スタート時には、下向き抽出し管を開状態とし、上向き抽出し管を作動状態とすることにより、折角重合したポリマースラリーを無害にすることなく、路徑を換えることができる。これによって所定のスラリー密度に迅速に達成することができる。しかも、定常運転に達した後は、下向き抽出し管を止めずに上向き抽出し管の作動本数を調節することによりポリマースラリーの停留時間を長短自由に調節することができる。

この発明によると、前述の重合開始後定常状態に達するまでの時間の短縮および停留時間の調節を、上向き抽出し管を設置するとの簡単な構成で達成することができる。

## 4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の構成を示す略説明図および

第2図は水平移行管に上向き抽出し管と下向き抽出し管とを配設した状態を示す一局部断面図である。

1・・・オレフィン重合用ループ反応器、10・・・下向き抽出し管、11・・・上向き抽出し管、13・・・第1バルブ。

特許出願人

出光石油化学株式会社

代理人

弁理士 福 村 政 樹



第1図

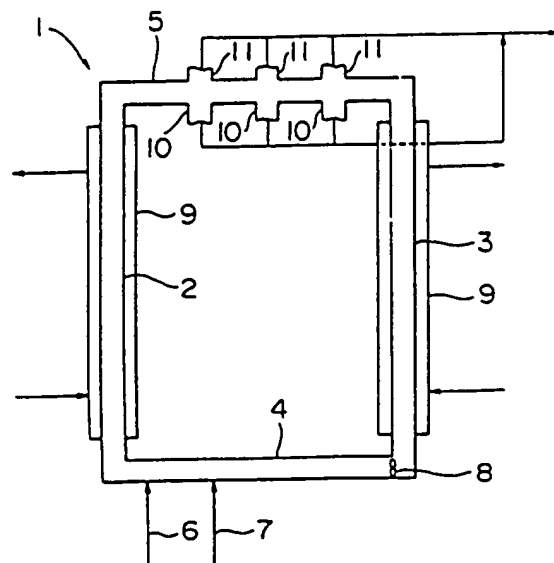


図 2

